Analytix

Issue 4, 5 · 2009 合併号

Fluka Analytical

IRMM 認証標準物質

JRC EUROPEAN COMMISSION

irmm Institute for Reference Materials and Measurements

- IRMM 認証標準物質
- 無機微量分析用認証標準物質
- POPs スタンダード
- カーボン / 樹脂吸着剤
- アントシアニンとフラボノールグリコシド迅速分離
- 水分滴定

認証標準物質

Michael Weber
Manager Research & Development/Innovation Europe

皆様

近年、シグマ アルドリッチは、分析化学製品の世界一のサプライヤーとなるべく著しい発展を遂げてきました。総数100,000化学製品ある弊社の製品群のうち、約1/4が分析技術やアプリケーションに合わせて製造されています。幅広い製品群の中でも、分析用スタンダードやリファレンス標準物質は、あらゆる分析測定結果に直接影響を及ぼす、他に存在しない製品です。

このことより、シグマ アルドリッチの分析事業は、内部技術や設備を飛躍的に改善するとともに、パートナーとの協力を強化しました。パートナーの中でも、国家計量標準研究機関（National Metrological Institutes, NMIs）は世界で最高水準の計量（度量）能力を誇ります。

EMPA（前スイス連邦材料研究所）との多くの研究成果により、適定とIC用認証標準物質（CRMs）のシリーズが市場にリリースされました。シグマ アルドリッチがCRM製造のための新しい研究室をスイスに設立し、現在ではISO/ IEC 17025とISO Guide 34のダブル認定のもとで製造を行なっています。

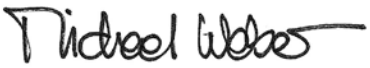
さらに、弊社はドイツの国家計量標準研究機関（NMI）であるBAM（Fed-eral Institute for Materials Research and Testing）と協同で長期にわたり、開発を行っています。

標準物質計測研究所（Institute for Reference Materials and Measurements, IRMM）は、ヨーロッパ連合研究センター（JRC）の7つの機関の1つであり、ヨーロッパにおける最大の国家計量標準研究機関（NMI）でもあります。IRMMは、製造とCRMsの認証における長年の実績とダブル認定のもと操業しています。数百種類のIRMM CRMsを取り扱い、新製品が毎年追加されています。

数年前、シグマ アルドリッチとIRMMの間で、販売に関する契約が行なわれました。全ての従来品及び新IRMM CRMsは、シグマ アルドリッチのワールドワイドの販売網を通してご購入頂けます。近年、この販売に関する取決めはさらに10年間延長されました。弊社は引き続き高品質のCRMsをお客様に提供できることを誇りに思います。

どの分析用スタンダードを購入するかは信頼の問題につながります。他社の製品は信頼に値するものでしょうか？

Best regards,



Michael Weber
Manager Research & Development/Innovation Europe
michael.weber@sial.com

Analytix is published five times per year by Sigma-Aldrich Chemie GmbH, MarCom Europe, Industriestrasse 25, CH-9471 Buchs SG, Switzerland
Publisher: Sigma-Aldrich Marketing Communications Europe
Publication director: Ingo Haag, PhD
Editor: Daniel Vogler

目次

トピックス

4 IRMM 認証標準物質

7 水分テストキット – NBC ディフェンス
シグマ アルドリッチ分析キットの能力の例

Spectroscopy

10 シグマ アルドリッチ 新 UV/VIS 用分光分析試薬

11 シグマ アルドリッチ超高純度酸

Standards

12 残留性有機汚染物質分析用スタンダード

14 AAS、ICP 及び IC 用 *Trace*CERT® 無機スタンダード

17 新製品の紹介

クロマトグラフィー

18 カーボン系吸着剤
高純度 / 品質でユニークな吸着剤

20 Discovery® 固相抽出を使用したアントシアニン 及び フラボノールグリコシド迅速分離
寄稿論文

22 クロマトグラフィーと他のアプリケーション用ポリマー吸着メディア

Titration

24 医薬品中の水分測定
HYDRANAL® 試薬を用いたカールフィッシャー滴定

27 滴定用試薬

IRMM 認証標準物質

Matthias Nold, Product Manager Analytical Standards matthias.nold@sial.com

© European Communities

Geel（ベルギー）にある IRMM（Institute for Reference Materials and Measurements）は、ヨーロッパ連合研究センター（JRC）の一つの機関であり、欧州委員会（EC）の総局です。核計測中央統計局（Central Bureau for Nuclear Measurements, CBNM）として 1957 年設立され、1993 年に広範な権限を持つ IRMM に名称を変更しました。

IRMM の任務は、EU 政策のサポートのもと、一般的で信頼できる欧州計測システムを普及させることです。この一環として、IRMM は環境分析、食品分析、臨床化学、物理的性質や工業アプリケーションを含む様々な認証標準物質（純品や混合物質）を提供しています。

90 年代後半、シグマ アルドリッチと IRMM は協同で遺伝子組み換え物質（GMOs）の標準物質の開発を行いました。また、この協同開発とは別に、シグマ アルドリッチと IRMM は CRMs についての販売契約を結びました。この販売契約は、さらに 10 年間更新されました。シグマ アルドリッチは引き続き、IRMM 標準認証標準物質の公認販売者であることに誇りを持っています。

IRMM により供給する認証標準物質（CRM）の商標：

IRMM 認証標準物質：ECJRC-IRMM 製造。
BCR® 認証標準物質：欧州委員会の他のプログラムを通した財源で運営されていました。
ERM® 認証標準物質：ERM イニシアチブ、ドイツ連邦材料研究試験機関（BAM）、LGS スタンダード（UK）及び IRMM の協力を通して発売された新ブランドです。

これら全ての CRMs は、ISO ガイド 34 と 35 関連を踏まえた欧州委員会の仕様ガイドラインに沿って製造されています。それぞれの製品は、SI ユニットにトレーサブルであるまたは、国際的に認められた値を認証する（不確かさを含む）証明書と共にお届けします。証明書においても CRM ごとの使用目的を示しています。CRMs の安定性は、管理状態で保管し、有効期限中の CRM の安定性を管理設定したモニタリングプログラムによって保証しています。

CAT. NO.	製品名	詳細	容量
BCR385R-1EA	ピーナツバター	Aflatoxin High Level	100 g
BCR401R-1EA	ピーナツバター	Aflatoxin Low Level	100 g
ERMBE376-2X75G	合成飼料	Aflatoxins	2 x 75 g
ERMBF410A-1G	大豆（0 % Roundup Ready ™）	containing 0 % GMO material	1 g
ERMBF410B-1G	大豆（0.1 % Roundup Ready ™）	containing 0.1 % GMO material	1 g
ERMBF410C-1G	大豆（0.5 % Roundup Ready ™）	containing 0.5 % GMO material	1 g
ERMBF410E-1G	大豆（2 % Roundup Ready ™）	containing 2 % GMO material	1 g
ERMBF410GK-1G	大豆（10 % Roundup Ready ™）	containing 10 % GMO material	1 g
ERMBF425A-1G	大豆 356043 (blank)	containing 0 % GMO material	1 g
ERMBF425B-1G	大豆 356043 (level 1)	containing 0.1 % GMO material	1 g
ERMBF425C-1G	大豆 356043 (level 2)	containing 1 % GMO material	1 g
ERMBF425D-1G	大豆 356043 (level 3)	containing 10 % GMO material	1 g

Table 1 飼料 CRMs の例

次項では一般的な製品を記載しており、いくつかは最近製品群に追加されています。IRMM 認証物質の完全な製品リストは、弊社のホームページをご覧下さい。***http://www.sigmaaldrich.com/japan/analytical-chromatography/analytical-standards.html***

環境分析用認証標準物質

この製品グループは、元素または有機汚染物質の成分証明付きの有機汚染物質（PAHs, PCBs, PCDDs, PCDFs など）やマトリクス中（土壌、用地、排水など）の高純度物質と合成混合物質 CRMs で構成されています。**Table 2** にいくつかの例を記載しました。

CAT. NO.	製品名	詳細	容量
BCR343-10MG	3-Hydroxybenzo(a)pyrene	Pure Material	10 mg
BCR146R-40G	Sewage Sludge (Industrial Origin)	Element Content	40 g
BCR524-40G	Industrial Soil (PAHs)	Organic pollutants	40 g
BCR535-40G	Freshwater Harbour	Organic	40 g

Table 2 環境 CRMs の例

食品と飼料分析用認証標準物質

エタノール、砂糖、合成ワイン、SNIF-NMR 用テトラメチル尿素、数種類の天然毒などを含んだ食品と飼料分析用高純度物質及び合成混合物質の CRMs です。

食品マトリクススタンダードの大きな製品グループは、遺伝子組み換え（GMO）含有用の CRMs です。これらの製品は、通常異なった GMO 物質であり、異なった量を含有した植物（とうもろこし粉、乾燥大豆粉、など）の製品セットで購入可能です。これらの製品は、異なる比率で GMO 含有と GMO 非含有物質を混合する重量測定法で製造しています。GMO 製品は、単品または GMO 含有濃度が異なるものをセットにしたものがあります。数種類の食品と飼料の CRMs の例を **Table 1** に記載します。

(continued on page 6)

© European Communities

臨床化学用認証標準物質

高純度物質に加え、CRMs マトリクスはホルモン含有量、総元素量、プロテイン含有量（例 ERM-DA472/IFCC）、触媒活性（例 ERM-AD457/ IFCC）や DNA 配列用に有効です。**Table 3** に 2 つの例を記載しています。

CAT. NO.	製品名	詳細	容量
ERMDA472/IFCC-1EA	ヒト血清	Protein Content (CRP)	1 ampoule
ERMAD457IFCC-1VL	Aspartate Transaminase (AST)	Protein Activity	1 vial

Table 3 診断化学 CRMs の例

物理的特性用認証標準物質

物理的特性用 CRMs は、熱、機械、形態学、光学特性があります。最近、追加された形態学特性用 IRMM-304 は、CRM ではなく QCM（品質管理物質）の例です。それはシリカナノ粒子からなり、水溶液中に浮遊しており、液状媒体中に浮遊するナノ粒子の粒度分布を決定する機器評価やメソッドのチェックに使用することを目的としています。

CAT. NO.	製品名	詳細	容量
IRMM304-1AMP	シリカコロイド溶液	suspension in aqueous solution	1 ampoule

Table 4 形態特性用品質管理物質の例

工業アプリケーション用認証標準物質

これらの製品は、組成、微量微量元素や有機汚染物質の成分用の認証された工業物質です。最近、数種類のポリ臭素化ジフェニルエーテル（難燃剤）の認証レベルの ERM-EC590 ポリエチレンと ERM-EC591 ポリエチレンの２種が製品に追加されました。

CAT. NO.	製品名	詳細	容量
ERMEC590-20G	Polyethylene (LDPE)	Organic pollutants	20 g
ERMEC591-20G	Polypropylene (PP)	Organic pollutants	20 g

Table 5 工業アプリケーション CRMs の例

同位体測定用認証標準物質

同位体測定に関連した２種類の物質があります。それは同位体存在比（例 IRMM-010）用と同位体成分量（例 IRMM-643）用に認証された物質です。前者は同位体存在比のキャリブレーション測定用に適しています。後者は未知の同位体もしくは測定可能なものに対し、“スパイク”として直接同位体希釈に用います。これらの例を **Table 6** に記載します。

CAT. NO.	製品名	詳細	容量
IRMM010-30MG	Platinum isotopic wire	Isotope abundance ratio	30 mg
IRMM643-5ML	^{32}S in 2.8M HNO_3	Isotope amount	5 mL

Table 6 同位体測定 CRMs の例

© European Communities

水分テストキット – NBC ディフェンス

シグマ アルドリッチ分析キットの能力の例

Gerd Hayenga, Project Manager Research Specialities gerd.hayenga@sial.com

Picture 1

シグマ アルドリッチは、現場で使用する水質検査キットの開発のため、ドイツ国防軍のアプローチを受けました。弊社の専門家とカスタムアプリケーションチームの貢献により、軍の厳しい要求に応えることができました。現在、このキットは日常的に使用されています。これは、シグマ アルドリッチの分析キットの能力が皆様のお役に立てるものであることを明らかにした具体例です。

manoevres の軍にとって、主な課題の一つは戦域における設備の不足です。いかなる軍事対策の決定より先に、安全な飲料水を確実に確保し、供給することが最優先事項です。移動式浄水プラントを利用するためには、しっかり機能するための合格品質の原水が必要不可欠です。原水に多量の不純物が混入していると、不純物の検出濃度が非常に高くなり、浄水プラントは満足な品質の飲料水を製造できなくなります。簡易水の法的な容認範囲以下であることを証明するために浄水を検査する必要があります。さらに、NATO 規定（STANAG 2136 med）により定義されたリミットに従い、異なる化学兵器物質に対し水質検査する必要があります。

水質検査キットの仕様は次のとおりです。

1. 原水中（**Table 1** 参照）の最大許容範囲以下の各パラメーターの濃度を測定する。
2. 飲料水規定に従った合法範囲以下の各パラメーターの濃度を測定する。
3. 原水中の最大許容限度以下の化学兵器物質の濃度を測定する（**Table 2** 参照）。
4. NATO 規定（**Table 2** 参照）に従った飲料水のための法的許容範囲以下の化学兵器物質の濃度を測定する。

国防軍が使用する分析テストキットの開発の鍵は、充分な強度のキットを確立することにあります。全てのキットのコンポーネントが、ドイツ軍の厳しい輸送と取り扱いに耐えられるように、徹底的にテストされた頑丈なアルミニウム製の箱に入れて保管されています。全ての試薬と物質は厳寒の北極圏から灼熱の砂漠まで、幅広い相対湿度でも多様な気候条件にも耐えられるように開発されました。全ての分析キットは、最小限のトレーニングによって、兵士誰もが使用できるようにデザインされています。

“水質テストキット – NBC ディフェンス”は 2 つのモジュールで構成されています。2 つに分かれたアルミニウム製の箱に格納された“飲料水モジュール”は **picture 1**、**2** で示します。1 つ目の箱には光度計、pH メーター、ピペット等の道具が入っています。2 つ目の箱には必要な試薬全てが入っています。水サンプル分析用に絶対不可欠なもの全てがキットに含まれています。このモジュールでテストすることが可能なパラメーターを **Table 1** に示します。

アンモニウム	硝酸塩
塩素	亜硝酸塩
シアン化物	水硬度
鉄	pH
硫酸塩	導電率

Table 1 ポータブル水質モジュールのテストパラメーター

アニオンとカチオンの分析は、バーコード補助付きの光度テストによって行ないます。水の硬度はテストストリップ法を用いて行ないます。導電率や pH は、操作が簡単な器具を用いて測定します。このモジュールは独立した操作が可能な第二の“化学兵器剤（CWA）モジュール”です。

Table 2 に示す、4 つに分類される化学兵器剤についてテストする能力を持った CWA モジュールは **picture 3** に示します。ヒ素は、どのようなヒ素化合物も、気体アルシンに還元する方法でテストします。ヒ素テストスティックは、試験ボトルの蓋にある溝を通して挿入し、最大の感度を示します。シアン化合物とその消失物質については、飲料水モジュールの光度計を使用し定量する比色分析テストを行ないます。

Picture 2

(continued on page 9)

神経物質テストは、アセチルコリン・エステラーゼ（ACE）を基本としています。これは、少なくとも 30 日間 40 °C で 0.02 ppm の水中の神経物質に感度を持った安定な酵素の開発が必須です。

ヒ素を含む CWA（Lewisites）
化合物を含むシアン
ロストエージェント（マスタードガス）
神経ガス（ACE 抑止エージェント）

Table 2 化学兵器剤モジュールのテストパラメーター

それぞれのキットに付属した簡潔な取扱説明書にテスト方法を記載しています。化学的な知識や実験経験が無い現場の兵士でも、確実な結果が得られます。

箱の蓋がテーブルとして使用できるところがデザインの特徴です。安定した作業場を設けるために蓋に付いた脚を折りたたまずに固定することが可能です（**picture 4**）。すべての箱には 2 段の棚があります。上段は取り外し可能で“テーブル兼蓋”の上に箱を置くことが出来ます。キットには、テストバイアルを 15 度以上の温度に素早く暖めるための熱パッドが付いています。

シグマ アルドリッチは、あらゆる環境条件下での水質検査に必要な要件全てを備えたキットを完成させたことに誇りを持っています。ドイツ国軍は、現場の状況下で幅広いキットの評価を行い、水質検査の必要条件の包括的な解決について非常に前向きです。

一般の世界には様々な状況があり、実験室の外で検査を行なう必要があることや訓練を受けたスタッフが少ない場合もあります。“水質検査キット – NBC ディフェンス”の多くのものが製造や研究において有用です。この記事が、これまで皆様が抱えてきた未解決の問題を解決するための模索の糸口となるようでしたら、弊社までお問い合わせ下さい。

Picture 3

Picture 4

シグマ アルドリッチ新 UV/VIS 用分光分析試薬

Michael Jeitziner, Market Segment Manager Analytical Reagents & Standards michael.jeitziner@sial.com

はじめに

一般的に、UV/VIS 分光法はカチオンとアニオンと高共役有機化合物の定量測定に用いられます。

シグマ アルドリッチは、UV/VIS 分光法によるイオンや分子の定量光学分析用の幅広い化学物質を提供しています。このアプリケーションに適するように、弊社の試薬は均一外観、無着色の確かな品質を保証しています。

シアン化物の定量分析 [1]

シアン化物は、非常に多くの工業工程で使用されています。それらは、様々な発端の有毒廃棄物や規制および浄化が行われていない工業排水が流れ込む河川中に頻発しています [2]。センサーの検出限界は 1.0 x 10^{-6}M で、U.S. EPA の水質基準となる 0.2 mg/L 以下に適合します。

スピロセンターでオキサジンの C-O 結合が開裂する際、求核シアン化物アニオンで滴定され（**Figure 1**）、明らかな色の変化が起こります。（**Figure 2**）

化学センサーは、10^{-6} から 10^{-5}M の範囲で直線的に動き、シアン化物のマイクロモル濃度をモニターするのに充分な値です。これは 30 秒以内で非常に早い反応を示し、肉眼でも見分けられます。

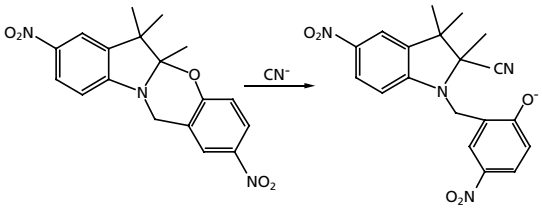


Figure 1 オキシザン誘導体とシアン化合物との反応

オキシザンは、以下に示す他の分析物用の様々な化学センサーと共にシグマ アルドリッチより購入いただけます（94979）。

References

[1] J. Ren, et al. A highly sensitive and selective chemosensor for cyanide. **Talanta 75** (2008) 760–764.

[2] S.S.M Hassan et al. Novel Dicyanoargentate Polymeric Membrane Sensors for Selective Determination of Cyanide Ions. **Electroanalysis 16(4)** (2004), 298–303.

完全な製品リストは、***sigma-aldrich.com/spectroscopy*** でご覧頂けます。

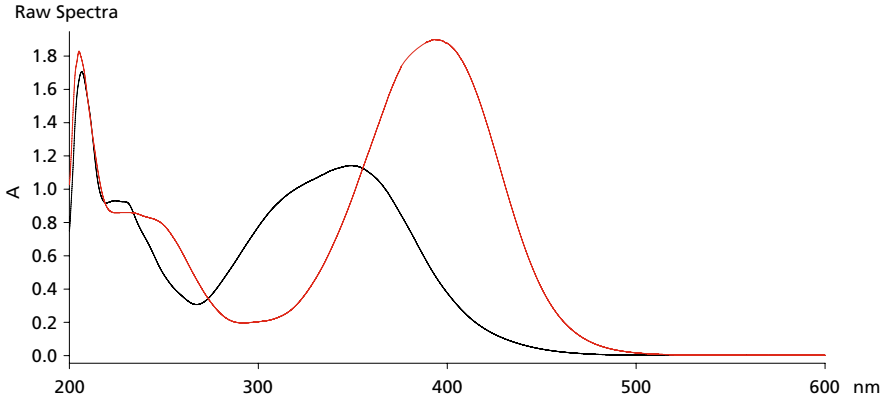


Figure 2 NaCN 無し（黒）と 1mM NaCN（赤）での化学センサーオキシザンの吸光度スペクトラ（0.1mM, 298K in methanol）

Brand	CAT. NO.	製品名	分析物	CAS No.	容量
Fluka®	07670-25G	N,N-Diethyl-*p*-phenylenediamine sulphate salt	S^{2-}, Cl_2	6283-63-2	25 g
Fluka	08751-100G	4-Amino-3-hydroxy-1-naphthalenesulphonic acid	Si	116-63-2	100 g
Sigma®	11635-5G	Azomethine-H monosodium salt hydrate	B	206752-32-1	5 g
Fluka	11880-1G-F	Bathophenanthroline	Fe	1662-01-7	1 g
Fluka	15100-10G	Bismuthiol I	Bi, Cu, Pb, Sb	1072-71-5	10 g
Fluka	32750-5G-F	3,3'-Diaminobenzidine tetrahydrochloride hydrate	Se, Te	868272-85-9	5 g
Fluka	94979-100MG	2,8-Dinitro-5a,6,6-trimethyl-5a,6-dihydro-12H-indolo[2,1- b][1,3]benzooxazine	CN^-	1023640-20-1	100 mg
Fluka	87748-1G	3,3',5,5'-Tetramethylbenzidine	Cl_2	54827-17-7	1 g

製品リスト

シグマ アルドリッチ超高純度酸

Michael Jeitziner, Market Segment Manager Analytical Reagents & Standards mjeitziner@sial.com

シグマ アルドリッチは、超高純度酸を販売しています。こららの製品は、包装材料から成分が浸出したり、マトリクスの影響を防ぐため徹底した検査を行なっています。

高純度を保つため、*Trace***SELECT**® Ultra 製品はテフロン® 製 PFA（フルオロポリマー）ボトルに入れて供給しています。水、過酸化水素溶液とオルト - ホスホン酸は、特別な HDPE で供給しています。最近のプロセス改善により、*Trace***SELECT** Ultra 製品中の微量不純物が最低レベルであることを保証するため、不純物量の規格値を下げることが出来ました。

sigma-aldrich.com/traceselect

製品リスト *Trace*SELECT Ultra

Brand	CAT. NO.	製品名	仕様	容量
Fluka®	07692-250ML-F	酢酸	≥ 99.0 %	250 mL
Fluka	16748-250ML-F	水酸化アンモニウム溶液	≥ 25 %	250 mL
Fluka	23828-250ML-F	臭化水素酸	≥ 44 %	250 mL
Fluka	96208-250ML-F	塩酸	≥ 30 %	250 mL
Fluka	02658-250ML	フッ化水素酸	≥ 49 %	250 mL
Fluka	02650-250ML	硝酸	～ 65 %	250 mL
Fluka	12415-250ML-F	過塩素酸	67– 72 %	250 mL
Fluka	64957-250ML-F	リン酸	≥ 85 %	250 mL
Fluka	77239-250ML-F	硫酸	≥ 95 %	250 mL
Fluka	14211-1L-F	水		1 L

*Trace*SELECT Ultra（水：Cat.No.14211）の規格値

total impurities: ≤ 50 µg/kg ammonium (NH_4)

anion traces

bromide (Br^-): ≤ 1 µg/kg
chloride (Cl^-): ≤ 1 µg/kg
fluoride (F^-): ≤ 1 µg/kg
iodide (I^-): ≤ 1 µg/kg
nitrate (NO_3^-): ≤ 1 µg/kg
nitrite (NO_2^-): ≤ 1 µg/kg
phosphate (PO_4^{3-}): ≤ 1 µg/kg
sulfate (SO_4^{2-}): ≤ 1 µg/kg

cation traces

Ag: ≤ 0.01 µg/kg
Al: ≤ 0.1 µg/kg
As: ≤ 0.05 µg/kg
Au: ≤ 0.02 µg/kg
B: ≤ 0.1 µg/kg
Ba: ≤ 0.01 µg/kg
Be: ≤ 0.02 µg/kg
Bi: ≤ 0.01 µg/kg
Ca: ≤ 0.2 µg/kg
Cd: ≤ 0.01 µg/kg
Ce: ≤ 0.01 µg/kg
Co: ≤ 0.01 µg/kg
Cr: ≤ 0.02 µg/kg
Cs: ≤ 0.01 µg/kg
Cu: ≤ 0.02 µg/kg
Dy: ≤ 0.01 µg/kg
Er: ≤ 0.01 µg/kg
Eu: ≤ 0.01 µg/kg
Fe: ≤ 0.1 µg/kg
Ga: ≤ 0.01 µg/kg
Gd: ≤ 0.01 µg/kg
Ge: ≤ 0.05 µg/kg
Hg: ≤ 0.05 µg/kg
Ho: ≤ 0.01 µg/kg
In: ≤ 0.01 µg/kg
K: ≤ 0.1 µg/kg
La: ≤ 0.01 µg/kg
Li: ≤ 0.01 µg/kg
Lu: ≤ 0.01 µg/kg
Mg: ≤ 0.05 µg/kg
Mn: ≤ 0.02 µg/kg
Mo: ≤ 0.02 µg/kg
Na: ≤ 0.1 µg/kg
Nb: ≤ 0.01 µg/kg
Nd: ≤ 0.01 µg/kg
Ni: ≤ 0.02 µg/kg
Pb: ≤ 0.01 µg/kg
Pd: ≤ 0.02 µg/kg
Pr: ≤ 0.01 µg/kg
Pt: ≤ 0.05 µg/kg
Rb: ≤ 0.01 µg/kg
Sb: ≤ 0.01 µg/kg
Se: ≤ 0.1 µg/kg
Si: ≤ 0.5 µg/kg
Sm: ≤ 0.01 µg/kg
Sn: ≤ 0.05 µg/kg
Sr: ≤ 0.01 µg/kg
Tb: ≤ 0.01 µg/kg
Th: ≤ 0.01 µg/kg
Ti: ≤ 0.02 µg/kg
Tl: ≤ 0.01 µg/kg
Tm: ≤ 0.01 µg/kg
U: ≤ 0.01 µg/kg
V: ≤ 0.05 µg/kg
Y: ≤ 0.01 µg/kg
Yb: ≤ 0.01 µg/kg
Zn: ≤ 0.1 µg/kg
Zr: ≤ 0.02 µg/kg

残留性有機汚染物質分析用スタンダード

Matthias Nold, Product Manager Analytical Standards matthias.nold@sial.com

残留性有機汚染物質（POPs）は、ヒトの健康や環境にとって脅威となります。それらが非常に安定した疎水性分子であるため、食物を通して生物濃縮され、ヒトや野生生物にガン、出生異常、繁殖障害、神経系および免疫系機能不全、といった甚大な健康上のリスクをもたらします。多くの毒性物質が海洋や気流によって北極圏に流されるようになり、極地は最も危険にさらされています。個別ではなく世界的な領域であっても、微量の POPs の測定されないところは存在しません。

これらの最も危険な化学物質を根絶するための目標として、2001 年に残留性有機汚染物質に関するストックホルム条約が United Nations Environment Programme（UNEP）のガイダンスのもとに組織されました。この条約は、2004 年 5 月に施行され、最も危険な 12 種類の POPs（“dirty dozen” と呼ばれています）を記載し、禁止、または厳しく制限されています。これらの 12 種類の化学物質は幅広い塩素系農薬（DDT、アルドリン、クロルダン、ディルドリン、エンドリン、ヘプタクロル、ヘキサクロロベンゼン、ミレックス、トキサフェン）や、ダイオキシンやポリ塩化ビフェニル（PCBs）も含んでいます。

2009 年 5 月、有害化学物質リスト更新のため、ジュネーブでフォローアップ会議が行なわれました。関係

者は、9 種類の化学物質、殺虫剤であるリンデン、α- および β- ヘキサクロロシクロヘキサン、農薬であるクロルデコン、パーフルオロオクタンスルホン酸、ペンタクロロベンゼン、ヘキサブロモビフェニル、難燃剤として用いられる２つのブロモジフェニルエーテル同族体（BDE）もリストに加えることで合意しました。

結局のところ、国際社会とヒトの健康を守るためにこれらの危険物質を除去することが条約の最終的な目標であり、非常に難しい課題です。

Brand	CAT. NO.	製品名	容量
Fluka®	36666-250MG	Aldrin	250 mg
Fluka	36664-2ML	Aldrin 100 ng/µL アセトニトリル溶液	2 mL
Fluka	45378-250MG	Chlordane (technical mixture)	250 mg
Fluka	31197-2ML	α-Chlordane 10 ng/µL シクロヘキサン溶液	2 mL
Fluka	33491-100MG-R	Dieldrin	100 mg
Fluka	36660-2ML-R	Dieldrin 100 ng/µL アセトニトリル溶液	2 mL
Fluka	32014-250MG	Endrin	250 mg
Supelco®	48976	Endrin 200 ng/µL イソオクタン溶液	10 mL
Supelco	PS78	Heptachlor	100 mg
Fluka	31211-2ML	Heptachlor 100 ng/µL メタノール溶液	2 mL
Fluka	45522-250MG	Hexachlorobenzene	250 mg
Supelco	40008	Hexachlorobenzene 1000 ng/µL アセトン溶液	1 mL
Fluka	36170-100MG	Mirex	100 mg
Supelco	PS79	Toxaphene	1000 mg
Supelco	48243	Toxaphene 500ng/µL メタノール溶液	1 mL
Fluka	31041-100MG	4,4'-DDT	100 mg
Fluka	36662-2ML	4,4'-DDT 100ng/µL メタノール溶液	2 mL
Fluka	34021-10MG-R	4,4'-DDT-d8	10 mg
Polychlorinated dibenzodioxins (dioxins)		Please see: ***sigmaaldrich.com/dioxinstandards***	
Polychlorinated biphenyls (PCBs)		Please see: ***sigmaaldrich.com/pcbstandards***	

Table 1 残留性有機汚染物質第一次規制スタンダード（dirty dozen）

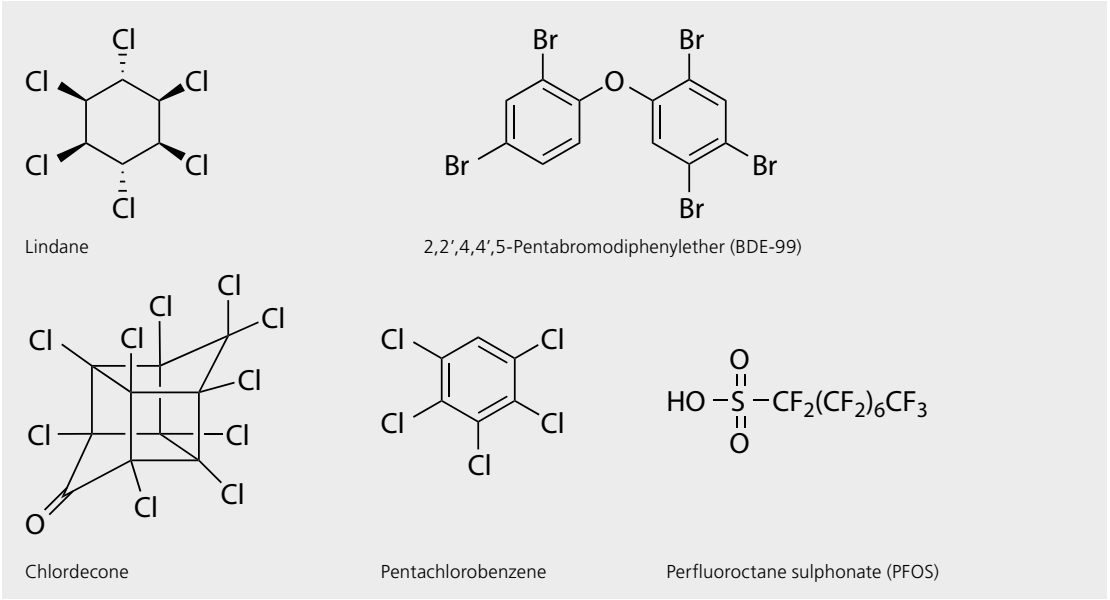


Figure 1 近年禁止された化学物質リストに加わった残留性有機汚染物質の構造

分析化学は、食品中や環境中の継続的な汚染物質のレベル測定において重要な貢献をします。これは、これらの毒性物質の暴露と取り込み（摂取）から消費者を守るためだけでなく、ワールドワイドな POPs の撤廃の進展をモニターする助けとなります。

シグマ アルドリッチは、ストックホルム条約で危険物に指定された化学物質用のアナリティカルスタンダードを提供しています。**Table 1** と **2** にスタンダード（未希釈と溶媒）と同位体標識が可能な残留性有機汚染物質分析用スタンダードを記載しています。

Literature and Links:

- Official page of the Stockholm Convention: ***www.pops.int***
- ***sigma-aldrich.com/dioxin***
- Supelco brochure "Dioxin and PCB analysis"
- ***sigma-aldrich.com/etc/medialib/docs/Supelco/General_Information/dioxin-brochure-jxb.Par.0001.File.tmp/dioxin-brochure-jxb.pdf***

Brand	CAT. NO.	製品名	容量
Fluka®	45548-250MG	Lindane	250 mg
Supelco®	48960-U	Lindane 200 ng/µL イソオクタン溶液	10 mL
Fluka	33856-100MG-R	α-Hexachlorocyclohexane	100 mg
Fluka	36658-2ML	α-Hexachlorocyclohexane 100 ng/µL メタノール溶液	2 mL
Fluka	33376-100MG	β-Hexachlorocyclohexane	100 mg
Fluka	36584-2ML	β-Hexachlorocyclohexane 100 ng/µL メタノール溶液	2 mL
Fluka	33676-1ML	*2,2',4,4',5-Pentabromodiphenylether (BDE-99) 50 ng/µL イソオクタン溶液	1 mL
Fluka	45379-250MG	Chlordecone	250 mg
Fluka	35886-1G	Pentachlorobenzene	1 g
Supelco	48386	Pentachlorobenzene 200 ng/µL メタノール溶液	1 mL
Fluka	33827-100MG	Perfluoroctane sulphonate	100 mg
Fluka	33607-1ML	Perfluoroctane sulphonate 100 ng/µL メタノール溶液	1 mL

*BDEs や他の臭素化難燃剤のリストは、***sigmaaldrich.com/flameretardants*** を参照して下さい。

Table 2 残留性有機汚染物質第二次規制スタンダード

AAS、ICP 及び IC 用 *Trace*CERT® 無機スタンダード

Matthias Nold, Product Manager Analytical Standards matthias.nold@sial.com

弊社は、Fluka® ブランド *Trace***CERT** 製品と共に、最高の計量スタンダードに適した認証標準物質の製品ラインを販売しています。

*Trace***CERT** スタンダードは ISO/IEC 17025 と ISO Guide 34 のダブルの認定を受けた研究所で製造しています。

*Trace***CERT** 製品には以下の特徴があります：

- 独自の（度量衡）精度とロットスペック値と低い不確かさ
- 少なくとも 2 つの独立したリファレンス（例 NIST、BAM または SI unit kg）にトレーサビリティがとれています。
- ISO/IEC 17025 と ISO Guide 34 に従って製造及び認証しています。
- 最も高い純度の出発原料を用いています。
- ISO Guide 31 に従った総合的な取扱説明書です。
- ICP スタンダードの認証書には約 70 種類の微量不純物を記載しています。
- 軽量でガス密閉のアルミニウム被膜袋で包装した ICP スタンダードです。
- お求め安い価格です。

シグマ アルドリッチの CRM 製造

近年、認証標準物質（CRM）の重要性の増加に応じて、シグマ アルドリッチはいくつかの計量機関と認証機関としての役割をもつパートナーシップを築きました。認証元素及びアニオンキャリブレーション溶液用に、シグマ アルドリッチは長期にわたり、スイス連邦材料研究所（EMPA）とのパートナーシップを維持してきました。2004 年に EMPA が化学物質測定における活動を終了した際、シグマ アルドリッチは EMPA より計量技術を取得し、スイス東部の Buchs に施設を移転することを決定しました。この移転は最も高い計量レベルのの装置だけでなく EMPA の計量標準と認定研究所の熟練の指導者を雇用することで技術的な能力と経験の獲得も含んでいます。こうした投資によって、シグマ アルドリッチは高品質の認証標準物質の新製品ラインを非常に短時間で、完全に確立することが出来ました。

TraceCERT 製品の製造工程

次に記載する全ての基準に合致した CRMs を製造するため、はじめの適切な出発原料の選択から包装仕様の選定まで、開発工程全体に高い精度が必要になります。**Figure 1** では、弊社が採用している製造と認証工程の

(continued on page 15)

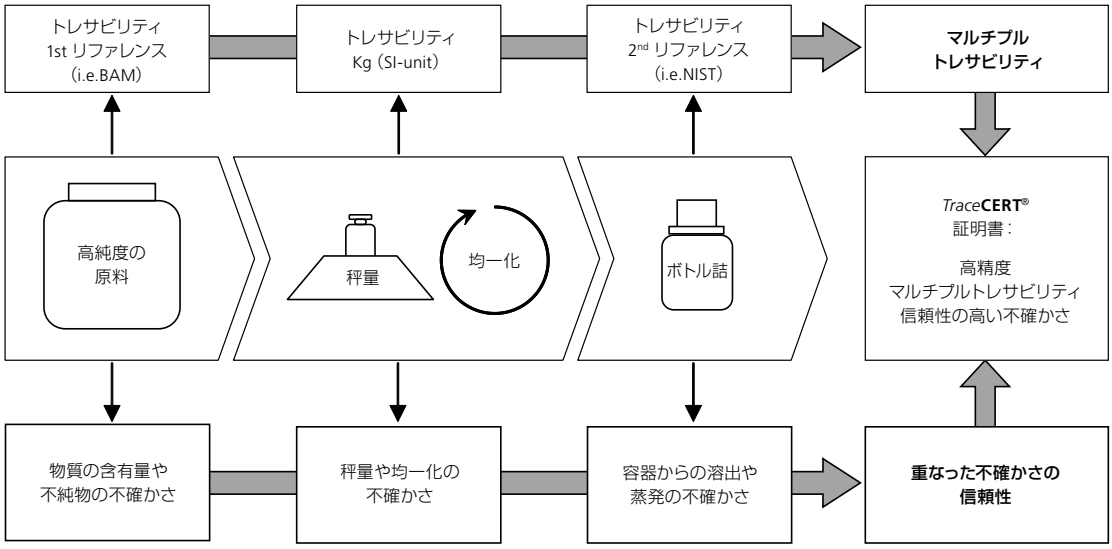


Figure 1 *Trace*CERT 製品の製造工程および製品証明の概略

概略を示しています。

*Trace***CERT** の**出発原料**（**Figure 2**）は、2つの異なったアプローチにより**特徴**づけらます。
（1）最も正確な方法での純度の直接測定（例 滴定）
（2）国際的に認可されたリファレンス物質（NIST、BAM、など）との比較；
純度は、不純物を差し引き 100% にする。
2 つの純度決定の組み合わせは 2 つの独立したトレーサビリティーをもたらし、信頼度の高い CRM となります。

出発原料は、計量前に**前処理**（金属の場合は表面にエッチング加工を施し、塩の場合は乾燥）を行います。

Figure 2 特徴付けられた高純度の出発原料は、TraceCERT ™較正スタンダードに用いられています。（右回りに左上から：銅、亜鉛、ニッケル、金）

計量操作は、製造の重要なステップであり、SI unit Kg に直接トレーサビリティです。高純度材料を用いる重量調製は、実用的で大抵の場合、濃度単位の最も精密な較正は、質量・モル分率から質量分率に変換されます。

計量された出発原料は、高純度酸で**溶解**し、原液は計算された最終溶液の総質量に達するまで高純度水で希釈します。この重量による方法は、較正溶液の最終濃度の厳密な調整を可能にします。数時間、容器を逆さにすることで溶液が**均一化**されます。**ボトル封入**する最終段階では、クリーンルームで作業をすることによってコンタミネーションを防ぎます。ボトルに封入した溶液は、2nd リファレンス物質と比較します。

認証
それぞれの *Trace***CERT** 製品に取扱説明書と総合的な証明書が付属し、製品（ICP スタンダード用）と共にお届けしますが、インターネットにて、製品番号及びロット番号（AAS 及び IC スタンダード用）からダウンロードすることも可能です。全ての製品の証明書の例は、インターネットよりダウンロードして頂けます（***sigma-aldrich.com/tracecert***）。証明書は、ISO Guide 31 の規定に従い、正確な容量、保管期限、トレーサビリティ測定、約 70 種類の不純物値（ICP スタンダードのみ）や適正不確かさなどのようなロット仕様詳細を含む証明書です。TraceCERT スタンダードの不確かさは、パラメーター影響要因の全ての概要より得られます（ボトムアップ アプローチ）。パラメーターの影響は **Figure 3**（次ページ）に示します。

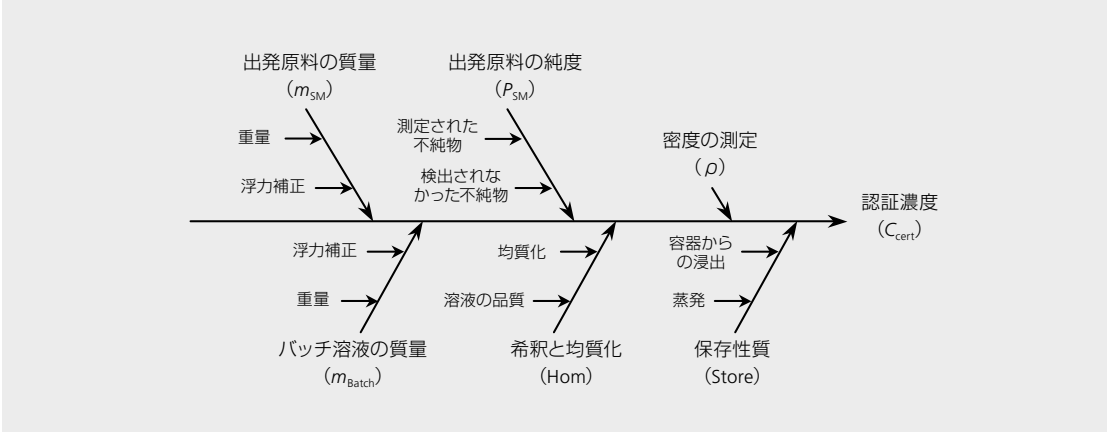


Figure 3 *Trace*CERT® 認証標準物質の前処理の概略。第一と第二オーダーのみがパラメーターに影響を及ぼすことを示しています。

保存と安全性

スタンダード溶液用にふさわしい容器は総合的に、不活性で分析物を吸収せず、不純物が溶液中に浸出することもありません。また、溶媒や大気に不浸透性で取り扱い及び入手が容易です。

弊社は、最も適した高密度ポリエチレン（HDPE）物質を発見しました。この材料にて、容器の壁を通して溶液への不純物の浸出と溶媒の蒸発について総合的に研究を行なってきました（**Figure 4**）。

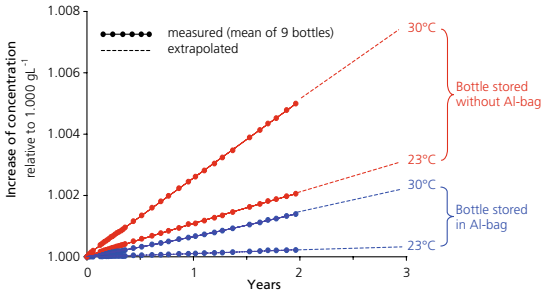


Figure 4 100 mL HDPE ボトル中の異なる温度での水較正溶液の蒸発挙動

*Trace***CERT** ICP スタンダードのボトルは、アルミニウム袋に密封されており、溶媒の蒸発を防ぎます。包装技術のおかげで、シグマ アルドリッチは、スタンダードの有効期間全体において 0.2 % 不確かさの仕様値を保証しています。

製品ラインと特注スタンダード

*Trace***CERT** 製品ラインの発売から数年で製品が 120 種類以上になりました。最近の製品は、AAS と ICP（1000 mg/L）用の幅広い単一元素スタンダード溶液や ICP 用多元素スタンダード、イオンクロマトグラフィースタンダード溶液（1000 mg/L）用スタンダードです。

弊社は引き続き、製品展開を拡大していきます。新製品については **Table 1** に記載します。完全な製品ラインと詳細については弊社の web サイト ***sigma-aldrich.com/tracecert*** をご覧下さい。必要なスタンダードが弊社の製品リストに無い場合は、カスタムスタンダードをご依頼下さい。

CAT. NO.	製品名	容量
43678-100ML	Lanthanum Standard for AAS	100 mL
42887-100ML	Niobium Standard for AAS	100 mL
53378-250ML	Cerium Standard for AAS	250 mL
68418-100ML	Scandium Standard for AAS	100 mL
75159-100ML	Thallium Standard for AAS	100 mL
04689-100ML	Titanium Standard for AAS	100 mL
73574-250ML	Zirconium Standard for AAS	250 mL
11523-100ML	Lanthanum Standard for ICP	100 mL
67913-100ML	Niobium Standard for ICP	100 mL
16734-100ML	Cerium Standard for ICP	100 mL
92279-100ML	Scandium Standard for ICP	100 mL
51873-100ML	Thallium Standard for ICP	100 mL
12237-100ML	Titanium Standard for ICP	100 mL
51244-100ML	Zirconium Standard for ICP	100 mL

Table 1 最近追加された Fulka ブランド *Trace***CERT** スタンダード溶液（1000 mg/mL）

水分析用 新アルキルフェノールスタンダード

Matthias Nold, Product Manager Analytical Standards matthias.nold@sial.com

Analytix 2008 年 Issue, 5 2009 年 Issue, 1 合併号において、ISO/CD 18857-2 に従って表面及び排水中のアルキルフェノール（異性体工業ミックス）とアルキルフェノールエトキシレートの分析をする研究所間のクロス試験を掲載しています。アルキルフェノールスタンダード製品を補足するために、弊社は最近、異なるノニルフェノールと 4-tert-Octylphenol スタンダード、その対応する mono 及び diethoxylates を OEKANAL® 製品ラインに追加しました。

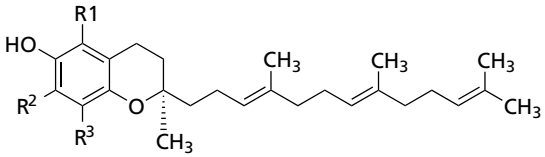
Brand	製品名	濃度	CAT. NO.	容量	濃度	CAT. NO.	容量
Fluka®	Nonylphenol アセトン溶液	5 µg/mL	32889-10ML	10 mL	50 µg/mL	32888-1ML	1 mL
Fluka	Nonylphenol-monoethoxylate アセトン溶液	5 µg/mL	32895-10ML	10 mL	50 µg/mL	32894-1ML	1 mL
Fluka	Nonylphenol-diethoxylate アセトン溶液	5 µg/mL	32899-10ML	10 mL	50 µg/mL	32898-1ML	1 mL
Fluka	4-tert.-Octylphenol アセトン溶液	1 µg/mL	32881-10ML	10 mL	10 µg/mL	32879-1ML	1 mL
Fluka	4-tert.-Octylphenol-monoethoxylate アセトン溶液	1 µg/mL	32883-10ML	10 mL			
Fluka	4-tert.-Octylphenol-diethoxylate アセトン溶液	1 µg/mL	32887-10ML	10 mL			

トコトリエノールスタンダード

Matthias Nold, Product Manager Analytical Standards matthias.nold@sial.com

トコトリエノールはトコフェロール、ビタミン E 類と共に天然化合物の構造です。トコトリエノールは、ファネルシル部に 3 つの 2 重結合を持ち、トコフェロールとは異なります。

それらは、酸化防止剤としての特性から化粧品や食品産業で使用されています。



最近発売になった４つのトコトリエノールスタンダードは最低でも 97% の純度で天然物（植物素材）から全て単離しています。

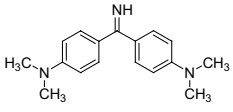
Brand	製品名	CAT. NO.	容量	R1	R2	R3
Fluka	α-Tocotrienol	07205-100MG	100 mg	Methyl	Methyl	Methyl
Fluka	β-Tocotrienol	05644-100MG	100 mg	Methyl	H	Methyl
Fluka	γ-Tocotrienol	49634-100MG	100 mg	H	Methyl	Methyl
Fluka	δ-Tocotrienol	69745-100MG	100 mg	H	H	Methyl

禁止食品着色料用新スタンダード

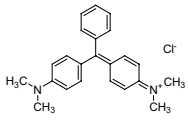
Matthias Nold, Product Manager Analytical Standards matthias.nold@sial.com

2008 年 Issue, 5 2009 年 Issue, 1 合併号の Analytix では、食品添加物としての使用を世界的に禁止されているにもかかわらず、いまだに添加物として用いられることがある染料用の分析スタンダードをご紹介しました。弊社は最近、この製品を補足する禁止食品着色料用スタンダードを追加しました。

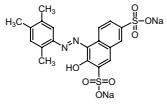
Brand	製品名	CAT. NO.	容量
Fluka	Auramin	51362-25MG	25 mg
Fluka	Malachite Green Chloride	38800-25MG	25 mg
Fluka	Ponceau 3R	49904-25MG	25 mg
Fluka	Oil Orange SS	79285-25MG	25 mg



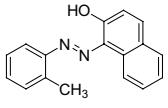
Auramin 51362



Malachite Green Chloride 38800



Ponceau 3R 49904



Oil Orange SS 79285

カーボン系吸着剤

高純度 / 品質でユニークな吸着剤

Shyam Verma, Market Segment Manager, Reagents & Chemicals shyam.verma@sial.com

カーボン系吸着剤はクロマトグラフィー分離を含む分析技術において、頻繁に用いられます。Sigma-Aldrich®/Supelco® 製カーボンの技術開発の取り組みは、クロマトグラフィーやサンプル前処理アプリケーションの進歩にとって重要です。スペルコは、粒子径が 1–1000 ミクロン、1–1500 m^2/g の表面積の特注品を含む 85 種類以上のカーボン製品を提供しています。

- ノンポーラスなグラファイトカーボンブラック（GCB）
- カーボンモレキュラーシーブ
- 高ポーラスな活性化カーボンとチャコール

グラファイトカーボンブラック（GCB）

一般的に、これらはノンポーラスで高い表面均一性を示す非特異的吸着剤です。これらの高純度の吸着剤は対象分析物の効果的な脱着を保証します。これらの吸着剤は気 - 固クロマトグラフィー、極性化合物の溶出にも適しています。GCBs は表面疎水性があり、湿った気体中の有機化合物をトラップするのに効果的に用いられます。これらの疎水性は水分によるサンプルの置換を最小限にし、高い湿度でも正確なサンプルが得られます。トラップした化合物は、溶媒や熱脱離によって 100% の効率で脱着されます。これらの吸着剤は優れた熱安定性を示し、熱脱離温度で最小ブリードを保証し、高い圧力損失を防ぎます。

カーボトラップ B、C、F は広範な大気中の有機物（C4-C5 炭化水素）からポリ塩化ビフェニルや他の巨大分子までトラップします。

- 吸着剤 Carbotrap B：表面積 = 100 m^2/g、大気中の C5-C12 化合物モニタリングに用います。
- 吸着剤 カーボトラップ C 及び F：表面積 = 前者が 10m^2/g、5 m^2/g、トラッピングと大きい分子（C9-C30）の効果的な除去のために用います。

製品名	サイズ	容量	CAT. NO.
Carbotrap	20/40 mesh	10 g	20287
Carbopack B	60/80 mesh	10 g	20273
Carbotrap C	20/40 mesh	10 g	20309
Carbopack C	60/80 mesh	10 g	10257
Carbotrap X	20/40 mesh	10 g	10435-U
Carbopack X	40/60 mesh	10 g	10436
	60/80 mesh	10 g	10437-U
Carbotrap Y	20/40 mesh	10 g	10460-U
Carbopack Y	40/60 mesh	10 g	10461-U
	60/80 mesh	10 g	10462
Carbopack Z	60/80 mesh	10 g	11051-U

Table 1 製品リスト

カーボンモレキュラーシーブ（CMS）

モレキュラーシーブカーボンとも呼ばれるカーボンモレキュラーシーブ（CMS）は、選択的吸着剤のためのコントロールされた多孔性を持つ特徴のあるカーボンです。これらは、極小分子サイズの化合物（C2-C5）の第一捕集のために用いられます。この分析物の分子サイズと形状及び CMS 粒子のポアーエントランスのサイズと形状が、いかに良く物質を吸着及び脱着するかを決定します。

高純度のポリマーから調整された弊社の CMSs は、分析物の吸着効果のある高純度のカーボンで、定量に適しています。Carbosieve S-III と Carboxen CMS の最高使用温度は少なくとも 400 °C です。

- Carbosieve S-II（GC カラムに最も使用されます）は、永久ガス（H_2, O_2, Ar, CO 及び CO_2）混合物及び C1-C2 炭化水素（メタン、エタン、エチレン、アセチレン）の分析に推奨されています。最高使用温度は、酸素のないキャリアーガス下で 225 °C です。
- Carbosieve S-III は表面積 ~ 820 m^2/g 、ポアサイズ 15–40 Å の球状吸着剤です。クロロメタンのような空気中の小さな分子をトラップするための優れた吸着剤です。純炭素骨格は、ロス無く物質分子の熱脱離を可能にします。
- Carbosieve G（主に GC カラムに用いられます）は、C1-C3 炭化水素分析用に推奨されています。最高使用温度は、酸素のないキャリアーガス下で 200 °C までです。

製品名	サイズ	容量	CAT. NO.
Carbosieve S-II	60/80 mesh	10 g	10189
Carbosieve S-III	60/80 mesh	10 g	10184
Carbosieve G	40/60 mesh	5 g	10197
	60/80 mesh	5 g	10198

Table 2 製品リスト

Carboxen

これらの CMS は疎水性を帯びており、高い湿度で正確なサンプリングを保証します。

Carboxen-563、Carboxen-564:

- Ambersorb® XE-340 と Ambersorb XE-347 の同系統の吸着剤です。
- 多くの揮発性有機化合物（VOCs）に高いキャパシティ（ブレークスルーボリューム）を示します。
- 水質分析や空気中物質の吸着に使用されます。
- Carboxen-564 は、多くの C2-C5 VOCs のモニタリングに効果的です。

Carboxen-569:

- 同等の Ambersorb はありません。
- 有機分子に高度の疎水性と高いキャパシティです。

Carboxen-572: 最も効果的なパージ & トラップと大気サンプリングアプリケーション

Carboxen-1000:

- 大きな表面積を持ち、効果的な吸着と脱着が可能です。
- 塩化ビニルのような揮発性の高い化合物の小量サンプリングに適しています。
- クロマトグラフィーカラムに直接脱着するナローボアチューブに使用されます。

Carboxen-1001: トラップや小分子化合物の保持に使用されます。

Carboxen-1003: 有効な吸着 / 脱着のための大きな表面積と優れた疎水性があります。

Carboxen-1012: 大きなミクロポアで高活性です。有機化合物の水相吸着や C4-C6 化合物の大気サンプリングに有効です。

Carboxen-1016: 永久ガスの分析物に使用されます。

Carboxen-1018: エタン、アセチレン、エチレン及び C3 炭化水素のような小分子物質の吸着 / 脱着のために小さい（～ 6–7 Å）ミクロポアです。疎水性です。

Carboxen-1021: 小分子の大気分析用です。

製品名	サイズ	容量	CAT. NO.
Carboxen-563	20/45 mesh	10 g	10263
Carboxen-564	20/45 mesh	10 g	10264
Carboxen-569	20/45 mesh	10 g	10269
NEW! Carboxen-572	20/45 mesh	10 g	11072-U
Carboxen-1000	40/60 mesh	50 g	10477-U
	60/80 mesh	10 g	10478-U
Carboxen-1003	40/60 mesh	10 g	10471
Carboxen-1016	60/80 mesh	10 g	11021-U

Table 3 製品リスト

活性炭素及びチャコール

ヤシガラ活性炭は、幅広い揮発性物質の吸着 / 脱着能によって一般的な吸着剤としての用途に広く用いられています。

製品名	サイズ	容量	CAT. NO.
Activated Charcoal	20/40 mesh	10 g	10275
High-purity powder (Supelco®)	powder	250 g	31616-250G
		750 g	31616-750G
Darco G60	-100 mesh	1 Kg	242276-1KG
Desorex CG – pure granular	12-35 mesh (500-1600 µm)	500 g	18002-500G
		1 Kg	18002-1KG
		2.5 Kg	18002-2.5KG

Table 4 製品リスト

カーボン吸着剤サンプラーキット

適切な吸着剤の選択または吸着剤のコンビネーションは、しばしば困難が生じます。適した吸着剤の選択は、サンプルリングにおける特定物質もしくは物質類の保持を可能にし、脱着過程における物質のリリースを可能にします。

E000926

アプリケーションや製品を基に吸着剤をデザインする際、スペルコ製カーボン吸着剤キットを用いることによって、コスト効率の良いカーボン吸着剤の評価を行うことができます。適切な物質が見つかった時点で、弊社はお客様の仕様にあった大容量の製品を製造することも可能です。

製品名	CAT. NO.
Graphitised Carbon Black Kit, 20/40 Mesh Carbotrap F, Carbotrap C, Carbotrap Y, Carbotrap B, Carbotrap X, 各 5g	13027-U
Graphitised Carbon Black Kit, 60/80 Mesh Carbopack F, Carbopack C, Carbopack Y, Carbopack B, Carbopack X, Carbopack Z, 各 5g	13026-U
Carbon Molecular Sieve Kit Carboxen-569, Carboxen-1000, Carboxen-1003, Carboxen-1012, Carboxen-1016, Carboxen-1018, Carboxen-1021, Carbosieve G, Carbosieve S-III, 各 5g	13028-U

Table 5 製品リスト

カーボン吸着剤選択ガイド

多層チューブには、強力な吸着剤の前に弱い吸着剤を用います。例えば、Carbopack B の前に Carbopack C を用います。

対象物質	推奨吸着剤
炭素範囲	
>C20	Carbotrap F, Carbopack F
C12-C20	Carbotrap C, Carbopack C, Carbotrap Y, Carbopack Y
C5-C12	Carbotrap B, Carbopack B
C3-C9	Carboxen 1016, Carbotrap X, Carbopack X, Carbopack Z
C2-C5	Carboxen 569, Carbosieve G, Carboxen 1000, Carbosieve S-III, Carboxen 1021, Carboxen 1018, Carboxen 1003, Carboxen 1012

メモ：分析物質サイズは n- アルカンに関連します。カーボンだけでなく全ての原子を考慮してください。例えば、1,2- ジクロロエタンは C2、二つの塩素原子が C4 と C5 間距離に関連があります。

Did you know?

弊社のカーボンは NASA 宇宙ミッションにおけるテストに用いられました。1995 年 木星への Galileo ミッション、2005 年 タイタンへの Cassini-Huygens ミッション、2007 年 火星探査ミッションです。

Discovery® 固相抽出を使用したアントシアニン 及び フラボノールグリコシドの迅速分離

寄稿論文

Neel M. Shah and James M. Chapman, Rockhurst University, Kansas City, MO, USA james.chapman@rockhurst.edu

はじめに

植物界の有機物によって合成されるフラボノール類とアントシアニン類は、水溶性の液胞フラボノイドです。フラボノイド類は、植物中に広く分散し、色素性、UV 光線からの保護、細菌や虫の接触と多くの機能を持っています [1]。

アントシアニジンの化学構造は、フラバン主要部 [2] の C6-C3-C6 構造を持つフラボノイド族に基づいています。**Figure 1** に示すフラビリウムイオンの構造は、アントシアニジンの基本骨格を構成します。フラボノールの化学構造もフラボノイド族に基づいており、フラボノールは、3- ヒドロキシフラボンを基本骨格としています。アントシアニンは、1 つまたはそれ以上の糖に結合したアントシアニジンで、アシル化されます。フラボノールとフラボンは、アントシアニンと同様にグリコシルやアシル化され、類似のアントシアニンになります [1]。

1992 年から現在まで、277 種類以上のアントシアニンが報告され、最近の文献では同定された総数およそ 550 種類のアントシアニンが記載されています [1]。消費者や食品製造会社はそれらの薬効特性、特に肺がんや心疾患の予防に潜在的役割をもつフラボノイドへの関心が高まっています [3,4]。フルーツ、野菜、お茶や赤ワインの効用は、それらの栄養素やビタミンよりもフラボノイド化合物に起因すると考えられています [5]。

UV-VIS 検出をエレクトロスプレーイオン化質量分析（ESI-MS）に連結した逆相 HPLC を使用し、アントシアニンとフラボノールの大半は、同定できます。植物

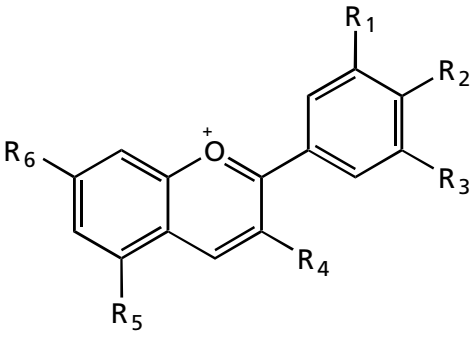


Figure 1 アントシアニジンとアントシアンのフラビリウムイオンバックボーン

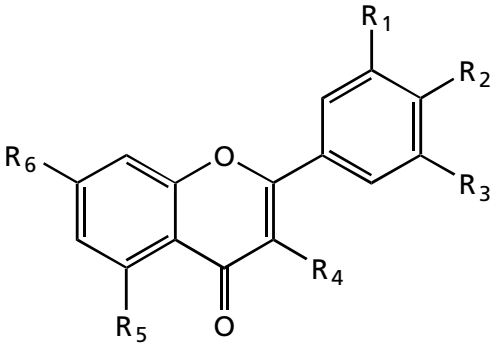


Figure 2 フラボノールとフラボノールグリコシドの 3- ヒドロキシフラボンのバックボーン

組織に存在するフラボノールやアントシアニン異性体の構造が複雑なため、RP-HPLC では、これらは共溶出します。LC-ESI-MS で分析することでフラボノイドとアントシアニンを容易に同定することが可能になります。

DSC-MCAX 混合モードカチオ SPE カートリッジを赤いチューリップの花びら中のアントシアニジン -O- グリコシド（正電荷を帯びた）とフラボノール -O- グリコシド（中性）の分離に使用しました。

チューリップに含まれるアントシアニンの抽出

アントシアニンとフラボノールを抽出するため、赤いチューリップの花（*Tulipa darwin hybrid "Apeldoorn"*）に 0.1 % の蟻酸を加えた 50/50 メタノール / 水を加え、ガラス攪拌棒で超音波洗浄器の中で攪拌しながら数分間処理しました。大きな粒子を除去するために混合物をろ過しました。

フラボノールグリコシドとアントシアニンの SPE 分画

DSC-MCAX SPE カートリッジ 100 mg/3 mL（52783-U）をメタノール 1.5mL と 0.1% 蟻酸をを加えた水 1.5mL でコンディショニングしました。チューリップ抽出物の少量を同容量の 0.1% の蟻酸を加えた水で希釈し、カートリッジにロードしました。カートリッジは 0.1% 蟻酸を加えた水 1.5mL（0.5 mL x 3）で洗浄しました。フラボノールグリコシドは、1.5mL メタノール（0.5 mL x 3）で溶出しました。アントシアニンは、50/50 リン酸カリウムバッファー pH 6.0 とメタノール溶液 1.5 mL（0.5 mL x 3）で抽出しました。

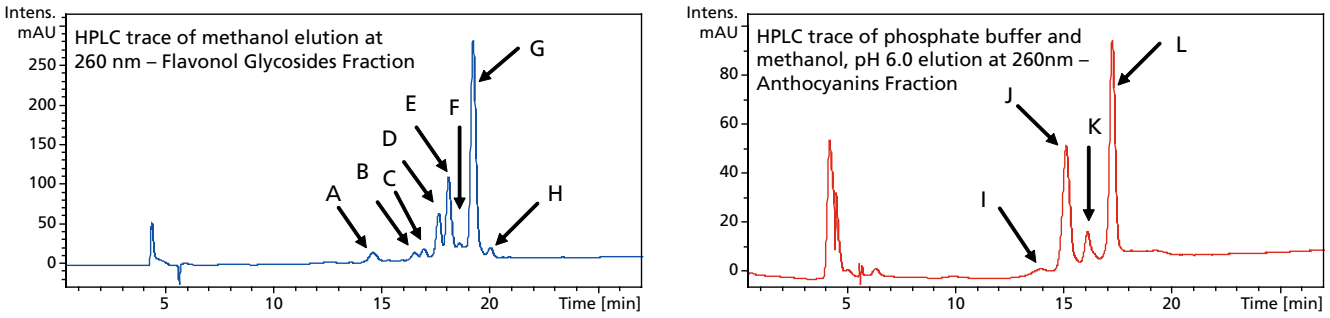


Figure 3 SPE 前・後分画されたチューリップ抽出物の HPLC 分析

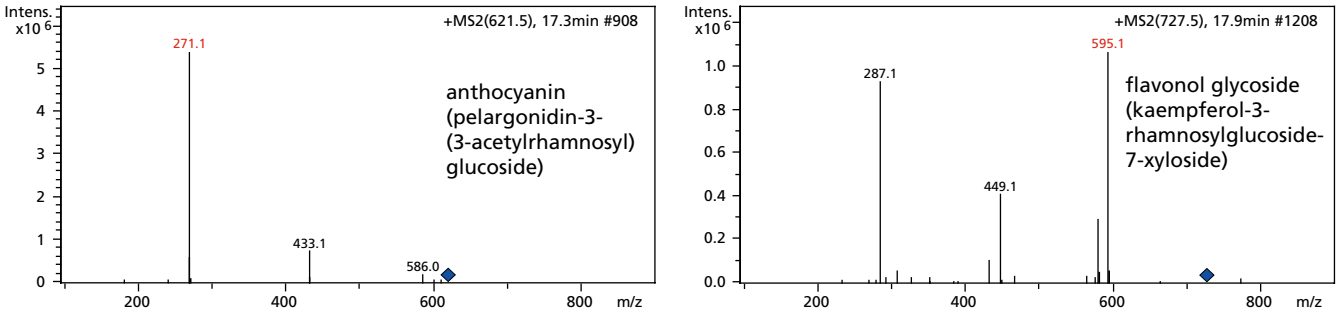


Figure 4 アントシアニンとフラボノールグリコシドの質量スペクトル

機器 - HPLC/DAD/ESI-MS/MS 分析

LC/ESI-MS/MS 実験は、エレクトロスプレーイオン化（ESI）インターフェイスを搭載した Agilent MSD XCT イオントラップ質量分光計（Palo Alto, CA）、1100 HPLC, DAD 検出器及びケミステーションソフトウエアで行いました。カラムは、150 x 0.5 mm 内径、C18 5 µm 粒子径を用いました。溶媒は、(A) 0.1 % 蟻酸 / 99.9 % 水（v/v）と（B）0.1 % 蟻酸 / 99.9 % アセトニトリル（v/v）です。溶媒グラジエントは、0–20 min、10–50 % B；20–31 min、50 % B；31–35 min、50–10 % B です。流量は、0.6 mL/min、注入量は、0.5 µL、カラム温度は、25 ℃ です。イオントラップ質量計は、13000 amu/s のスキャン、m/z 100 -m/z 2200 ポジティブイオンモードスキャニングを行ないました。代表的なクロマトグラム、PDA UV スペクトラ、MS 結果は **Figures 3–4** に示しています。このデータを用いてフラボノールグリコシドとアントシアニン抽出物（**Table 1**）の同定を行いました。

結論

フラボノールグリコシドとアントシアニンは植物、花、フルーツ中に存在する化合物です。これらの化合物は、UV 光線から植物を保護し、昆虫や動物を引き付けるために鮮やかな色を作り出すことで受粉に役立ちます。フラボノールとアントシアニンの構造は非常に類似しているため、植物の抽出物中の化合物を上手く分離することや同定することは非常に困難です。フラボノールグリコシドとアントシアニンを簡単で迅速に分離する方法を記載します。２つの化合物によるイオン化が困難な場合、DSC-MCAX（mixed-mode カチオンイオン交換）は、分析する前の分画ツールとして使用しました。一旦分離すると、どちらの化合物も容易に解析を行うことができ、SPE の使用はより有効に評価されます。

	RT	同定
フラボノール		
A	14.6	Unknown flavonol
B	16.5	Apigenin/genistein acetylrhamnosyl glucoside
C	17.0	Quercetin di-glucoside
D	17.7	Apigenin/genistein acetylrhamnosyl glucoside (isomer)
E	18.1	Kampferol rhamnosyl glucoside xyloside
F	18.6	Unknown isorhametin derivative
G	19.2	Luteolin rutinoside
H	20.1	Luteolin rutinoside (isomer)
アントシアニン		
I	13.9	Cyanidin rutinoside
J	15.2	Pelargonidin rutinoside
K	16.1	Pelargonidin acetylrhamnosyl glucoside
L	17.3	Cyanidin acetylrhamnosyl glucoside

Table 1 フラボノールとアントシアニン構成物質の同定

References

[1] Andersen, O. M., & Jordheim, M. (2006). The anthocyanins. In O. M. Andersen, & K. R. Markham (Eds.), *Flavonoids: Chemistry, biochemistry and applications* (pp. 471–473). Boca Raton, FL 33487: CRC Press.

[2] Markham, K. R. 1982. *Techniques of flavonoid identification*. Academic Press, New York. p.113.

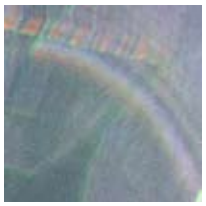
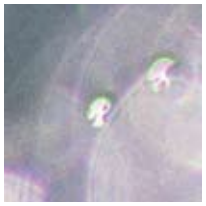
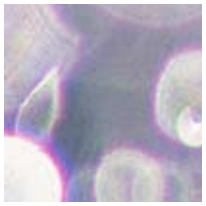
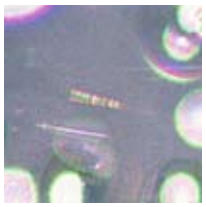
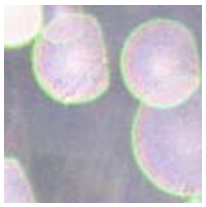
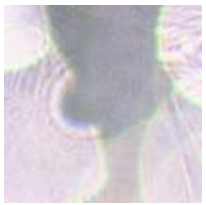
[3] Duthie, G.G., Duthie, S.J., & Kyle, J.A.M., Plant polyphenols in cancer and heart disease: implications as nutritional antioxidants, *Nut. Res. Rev.* 2000.

[4] Hou, D.X., Potential mechanisms of cancer chemoprevention by anthocyanins, *Curr. Mol. Med.*, 2003.

[5] Kyle, J. A. M., & Duthie, G. G. (2006). Flavonoids in food. In O. M. Andersen, & K. R. Markham (Eds.), *Flavonoids: Chemistry, biochemistry and applications* (pp. 219–220). Boca Raton, FL 33487: CRC Press.

クロマトグラフィーと他のアプリケーション用ポリマー吸着メディア

Shyam Verma, Market Segment Manager, Reagents & Chemicals shyam.verma@sial.com

非イオン合成ポリマー吸着剤は、幅広く分離 / 精製のアプリケーション用のクロマトグラフィーメディアとして用いられます。ポリマー吸着剤の選択は、一般にその多孔性（または架橋度）、表面機能や粒子径によって決定します。

これらのマクロポーラスポリマー、macroreticular ポリマーもまた重合過程中にジビニルベンゼン（DVB）の基本ポリマーであるスチレンが架橋するように製造されます。ポリマー樹脂は、球体ビーズ状に製造されます；それぞれのビーズは、より小さなゲル粒子のクラスターである小さなミクロスフェアの大きな疑集で出来ています。架橋結合は適切な表面積、剛性及び機械的強度を提供します。これらの吸着剤は、環境アプリケーションにあった幅広い種類の吸着 / 脱着を可能にするポーラスと内部表面を持っています。

ポリマー（特にスチレンとアクリル）は、有機不純物の吸着と除去を効果的に行う表面疎水性挙動を示します。炭化水素のような非極性溶媒中で、ほとんどの吸着剤は極性基の吸着において、極性または親水性特徴を示します。これらの樹脂吸着剤表面は、特別な医療アプリケーション、河川からの有機物や芳香族化合物の除去、アルカノールアミンやその他の感度を要求する分析手法といったものに適合しています。

一般的なアプリケーション：
- 有機物、ジュース中の苦味、水中性または極性溶媒中の着色剤、甘味料などの物質からの不純物の除去
- 分離と精製クロマトグラフィー
- エアーモニタリングとサンプル前処理
- 脱色と脱塩

シグマ アルドリッチは、分析及び工業アプリケーションの幅広い領域に適したポリマー吸着剤を提供しています。色々なタイプのポリマーについては、次の章で手短に述べます。さらにこれらの製品情報は、弊社の web サイト（***sigma-aldrich.com***）で入手できます。

1. スチレン及びアクリル系の樹脂吸着剤

製品：
- Supelpak ™ -2 Resins (XAD®-2)
- Supelpak-2
- Supelite ™ DAX-8
- Combigel ™ XE-305
- Styrene-DVB

アプリケーション
- 水（極性溶媒）中の芳香族（非極性溶質）や疎水性有機物の除去
- 空気中の半揮発性化合物、特に多環芳香族炭化水素（PAHs）及びダイオキシン、排ガスの回収や環境及び室内大気モニタリング

Amberlite® XAD：スチレン -DVB- 基本としたの疎水性樹脂で極性基の度合いにより、親水性特性も持っています。

製品：
- XAD-2
- XAD-4
- XAD-7HP
- XAD-16 (XAD-16N)
- XAD-16HP
- XAD-1180N
- XAD-761
- XAD-7HP

アプリケーション
- 水中の難溶性有機物の除去
- 回収 / 濃縮モードでの Ceph C のような合成発酵培養液抗生物質の回収
- 脱色及び脱塩

Amberchrom® CG300：生体分子の分離 / 精製過程におけるユニークな利点があります。特に初期段階捕捉、精製及び脱塩動作モードでのバイオ医薬品化合物の発見、開発に理想的な製品です。

アプリケーション：
プロテイン、ペプチド、オリゴヌクレオチドおよび類似分子の精製、容量と収率を最大化する逆相クロマトグラフィー

(continued on page 23)

2. 芳香族系樹脂 – 架橋型ポリスチレン吸着剤

アプリケーション:発酵培養液の中間抗生物質の抽出、ペプチドまたは食品添加物、柑橘類果汁などの苦味成分の分離。

Sepabeads® SP207:臭素化芳香族は、疎水性、高密度、大キャパシティが必要です。特に上流での捕集アプリケーションに有用です。

MCI GEL® CHP20P：逆相クロマトグラフィーアプリケーションに適しており、非水溶媒にも対応しています。

Dowex Optipore：高架橋結合スチレンポリマー吸着剤、強酸または強塩基、有機溶媒に不溶です。物理的強度に優れた球体ビーズです。

- ユニークなポアサイズ分布
- 高表面積
- 疎水性表面
- 有機物に対してのキャパシティを改善
- 非触媒作用

製品とアプリケーション：

L493：大キャパシティで再生が容易です。水中の特定有機物の除去に有用です。

V493:表面は疎水性で高湿度空気捕集アプリケーションに適しています。幅広い揮発性有機化合物（VOC）と有害性大気汚染物質（HAP）用に大きなキャパシティがあり、簡単に再生出来ます。

V503：低鉱物灰を含有した球体ビーズ。湿気を帯びた空気の有機物除去用に推奨されています。

SD-2：高比表面積で機械的、熱や化学的安定性に優れた吸着剤です。甘味料の脱色や味 / 香気の除去に推奨されています。

Diaion/Sepabeads/MCI GEL：きれいな細孔構造の疎水性の球状粒子です。

3. メタクリル樹脂

Diaion® HP2MG：表面疎水性はポリフェノール、界面活性剤及び抗生物質、色素、脂肪族化合物といった適度な極性化合物の吸着に適しています。

4. 疎水性相互作用メディア

Sepharose®：ビーズ状アガロース

アプリケーション：

- プロテインの分離、特に塩析沈殿による濃縮後
- プロテイン用 Phenyl Sepharose は低圧疎水性相互作用またはイオン交換アプリケーションに有用です。異なるリガンドメディアは、プロテイン分離用の HiTrap HIC テストキットに有用です。これらのメディアについて、疎水性やリガンド密度の違いは結合能、分離能、選択性、分析物の再現性に影響を及ぼします。

Toyopearl®：半剛体のバックボーンを持つメタクリリックポリマーの長所として、強アフィニティー、大キャパシティや高回収、優れた圧力 / 流量特性、安定性及び安価な精製があります。LABPAK サンプラーとして提供されています。

5. その他のポーラスポリマー

アプリケーション：350 ℃ までの揮発性及び半揮発性化合物の捕集

Tenax® TA – 2,6-Diphenylene oxide polymer で水やメタノールと低い親和性
Supelpak-TA – 精製（検査済み）Tenax TA
Tenax GR – 30:70 グラファイトカーボン /Tenax TA の混合物質
Porapak™ N – Divinylbenzene-ethylene glycol dimethacrylate polymer
Chromosorb® 106 – 高表面積のスチレン /DVB ポリマー

医薬品中の水分測定

ハイドラナール試薬を用いたカールフィッシャー滴定

Helga Hoffmann, Technical Service HYDRANAL Manager helga.hoffmann@sial.com
Andrea Felgner, Product Manager Analytical Reagents andrea.felgner@sial.com

医薬品の製造に用いる原料は、水分の測定が必須です。カールフィッシャー滴定は、ヨーロッパ薬局方（Ph. Eur）やアメリカ薬局方（USP）、日本薬局方（JP）のような主要な薬局方によって、長い間、水分量の測定方法として用いられてきました。

ヨーロッパ薬局方におけるカールフィッシャー滴定の要求事項

ヨーロッパ薬局方は、様々な溶剤、化学製品、その他化合物の水分含有量の測定をカールフィッシャー（KF）滴定で行うことを定めています。Edition5.7, chapter2.5.12 のヨーロッパ薬局方では、“Water:Semi-Micro Determination（微量の水分測定）” について、直接滴定を Method A、逆滴定による間接滴定を Method B として規定しています。実際は、反応性が高いハイドラナール試薬が開発されてから、直接滴定法の Method A がより簡単に測定を行えるようになり、幅広く用いられるようになりました。

Method A は滴定フラスコにメタノール系の試薬、または研究論文に記載されているものや滴定液のメーカーが推奨するものを使用します。装置（水分計）の準備が整ったら、滴定セルに残った水分の除去、すなわち予備滴定を行います。測定する物質を速やかに投入して検体から水分を抽出にするのに必要な時間、攪拌をしながら滴定を行います。

ハイドラナールの Web サイト ***sigma-aldrich.com/hydranal*** ではヨーロッパ薬局方における KF 滴定への要求事項についてより多くの情報を提供しています。ハイドラナール テクニカル サービス チームは様々な物質について適合性試験を行っており、それらの情報は、リクエストすることによって、ご利用になることができます。

カールフィッシャー容量法

KF 滴定の容量法は、1 ～ 100mg のような多量の水分を含有するサンプルに対して用いることができます。サンプルは、ハイドラナール - メタノールドライやハイドラナール - ソルベント（E）のような適切な脱水溶剤の入った滴定フラスコへ投入します。サンプルの水分量はヨウ素を含む試薬であるハイドラナール - コンポジットまたはハイドラナール - タイトラント（E）で滴定されることによって測定されます。終点は、一定の電流を加え、双白金電極の電圧を測定することにより決まります（または、逆に一定の電圧を加えて電流を測定する方法もあります）。水分量はサンプルの重量、滴定試薬の消費量、滴定試薬の力価から算出されます。

てんかんの治療に用いられるエトスキシミド（アプリケーション L510）や、細胞増殖抑止剤（抗がん剤）であるシクロホスファミド（アプリケーション L463）のような医薬品は、この標準的な手順によって何の影響もなく分析することができます。これらの滴定は、非（低）毒性の試薬であるハイドラナール E タイプでも行うことができます。

カールフィッシャー電量法

水分量が 10µg ～ 10mg と少ないサンプルは、KF の電量法を用いて分析することができます。必須となるヨウ素は、ハイドラナール - クーロマット試薬に含まれるヨウ化物が陽極で酸化されることによって、滴定セル内で電気化学的に発生します。水分量は費やした電気量（ヨウ素の消費量と同じ）と時間から算出されます。

カールフィッシャー オーブン

不溶性のサンプルや KF 試薬と副反応を起こすサンプル、高温でのみ含有する水分を放出するサンプルは、KF オーブンを用いて測定することができます。サンプルの水分は熱によって放出され、適切なキャリアーガスによって KF 滴定フラスコ内へと運ばれ、標準的な手順により測定されます。

5- アミノレブリン酸塩酸塩（凍結乾燥品）はメタノール中で強い副反応を示し、KF 滴定の直接法では終点に到達しません。この物質は水分含有量が少ないので、KF オーブンと電量滴定法を組み合わせて測定することを推奨します。最適な測定条件は、気化温度が 80 °C（サンプルの分解が 120 °C で始まるため）、測定時間が 600 秒で、陽極液にハイドラナール - クーロマット AG またはハイドラナール - クーロマット AG-オーブン、陰極液にハイドラナール - クーロマット CG を使用します（アプリケーション L506）。

副反応と pH に影響するサンプル

窒素原子を含む物質は脱水溶剤の pH 値に影響を与える原因となる可能性があります。KF 滴定で起こる副反応は、電極への付着を起こしたり、終点を不明瞭にしたり、終点を消失させ、誤った測定結果をもたらす事があります。このような副反応は、滴定フラスコ内の脱水溶剤へ適切な緩衝剤を加えることで抑えることができます。

(continued on page 25)

パーキンソン病の治療に用いられる有効成分の一つであるベンセラジド塩酸塩は、窒素を含む物質の例の一つです。正しい水分測定には、ハイドラナール - バッファーベース（Base）またはハイドラナール - メタノールドライとハイドラナール - サリチリル酸の混合溶液を脱水溶剤として使用し、ハイドラナール - コンポジット 2 で滴定します（アプリケーション L416）。

局部消毒剤であるプロフラビン 1/2 硫酸塩も脱水溶剤の pH 値を増加させ、その結果、終点に達しません。脱水溶剤の pH 値を下げ、副反応を防ぐために、ハイドラナール - バッファーベース（Base）またはハイドラナール - メタノールドライとハイドラナール - 安息香酸の混合溶液を脱水溶剤に用い、ハイドラナール - コンポジット 5 で滴定します（アプリケーション L354）。

ペニシリンは細菌を原因とした伝染病の治療に用いられる菌の代謝産物群です。ペニシリンの水分測定は、副反応が起こり（ペニシリン酸や他の加水分解物のようなペニシリン誘導体化物がヨウ素によって酸化される。）、そして、pH の影響により妨害を受けます。この副反応は弱酸性の状況下で滴定を行うことで抑えることができます。ハイドラナール - コンポジット 2 と、ハイドラナール - メタノールドライまたはハイドラナール - メタノールラピッドを用いた 1 液型 KF 滴定では、どちらも約 5 付近の pH 値を示します。これはペニシリンに含まれる水分を副反応なしに滴定することができるという事です。
もし、容易に終点に達しない場合は、予備滴定の前に

脱水溶剤へハイドラナール - サリチル酸を加えることをお勧めします。2 液型 KF 滴定でもペニシリンの水分を滴定することは可能です。その際、脱水溶剤にはハイドラナール - ソルベントとハイドラナール - サリチル酸の混合溶液が推奨され、ハイドラナール - タイトラントで滴定します（アプリケーション L166）。

サンプルの溶解性の向上

KF 脱水溶剤への溶解性が乏しいサンプルに対しては、ハイドラナール - バッファーベース（Base）またはハイドラナール - メタノールドライとハイドラナール - サリチル酸の混合溶液が、サンプルの溶解性を向上させ、正しい測定結果を出すための脱水溶剤として推奨されます（滴定試薬はハイドラナール - コンポジット）。そのような例として、β- ラクタム系抗生物質であるアモキシシリン 3 水和物（アプリケーション L352）やアンピシリン（アプリケーション L422）が挙げられます。

Brand	CAT. NO.	製品名	容量
Fluka®	34734-1L-R	ハイドラナール - コンポソルバー E	1 L
Fluka	34827-1L-R	ハイドラナール - コンポジット 1	1 L
Fluka	34806-1L	ハイドラナール - コンポジット 2	1 L
Fluka	34805-1L-R	ハイドラナール - コンポジット 5	1 L
Fluka	34741-1L-R	ハイドラナール - メタノール ドライ	1 L
Fluka	37817-1L-R	ハイドラナール - メタノール ラピッド	1 L
Fluka	34723-1L-R	ハイドラナール - タイトラント 2 E	1 L
Fluka	34732-1L-R	ハイドラナール - タイトラント 5 E	1 L
Fluka	34811-1L	ハイドラナール - タイトラント 2	1 L
Fluka	34801-1L	ハイドラナール - タイトラント 5	1 L
Fluka	34730-1L-R	ハイドラナール - ソルベント E	1 L
Fluka	34800-1L-R	ハイドラナール - ソルベント	1 L
Fluka	34739-500ML-R	ハイドラナール - クーロマット AG-Oven	500 mL
Fluka	34836-500ML-R	ハイドラナール - クーロマット AG	500 mL
Fluka	34840-50ML-R	ハイドラナール - クーロマット CG	50 mL (10 x 5 mL)
Fluka	37859-1L	ハイドラナール - バッファー ベース	1 L
Fluka	37865-500G	ハイドラナール - サルチル酸	500 g
Fluka	32035-500G	ハイドラナール - 安息香酸	500 g
Fluka	34724-1L-R	ハイドラナール - ホルムアミド ドライ	1 L

Table HYDRANAL カールフィッシャー試薬の選択

ハイドラナール試薬の国内販売については、林純薬工業株式会社に委託しております。
試薬およびカールフィッシャー滴定に関するお問い合わせは以下にお願いします。

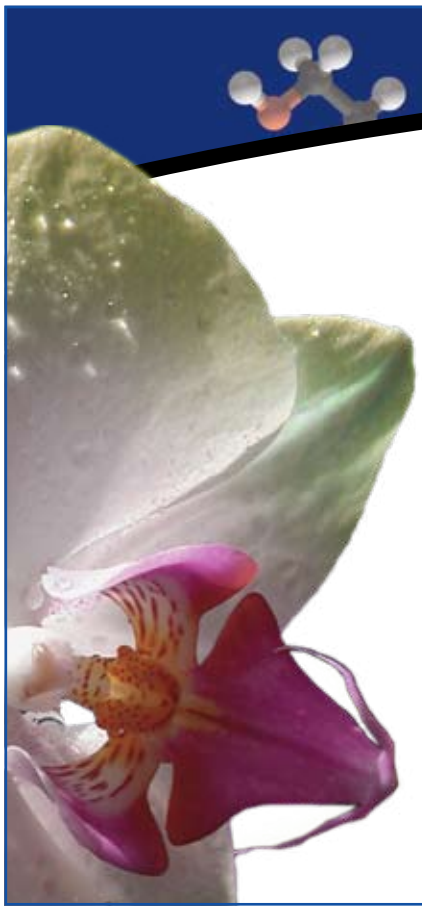
林純薬工業株式会社　商品企画部
TEL：06-6910-7290
E-mail：mpd@hpc-j.co.jp

しかし、リボフラビンリン酸ナトリウムのような物質は、アルコールベースの KF 脱水溶剤には溶解しないことがわかっています。これらの化合物に適した溶解剤として、ハイドラナール - ホルムアミドドライが推奨されます。ハイドラナール - ホルムアミドドライは、KF 滴定の容量法において、脱水溶剤に 1：1 の割合で加えることができます（アプリケーション L495）。

ラボラトリーアプリケーション

この冊子で述べたアプリケーションレポートは、弊社ハイドラナール テクニカル サービス チームの研究から得られたものです。アプリケーションレポートや化合物リスト、KF 滴定についてのより詳しい情報が欲しい方は、ウェブサイト ***sigma-aldrich.com/hydranal*** をご覧いただくか、ハイドラナールラボラトリーへご連絡ください。（日本国内は林純薬工業（株）· TEL06-6910-7290 ／ mpd@hpc-j.co.jp までお問い合わせください。）

25 年以上の経験と KF 滴定についての幅広いアプリケーションデータから得られた弊社の専門知識をご利用ください。



HYDRANAL® going green

ハイドラナール E タイプはメタノールを含まない毒性のないカールフィッシャー試薬です。

弊社 WEB サイトの E- タイプのアプリケーションリストから現在のメソッドをどのように置き換え可能か見付けて下さい。そして、KF 測定から毒性のある試薬を無くして下さい！25 年以上の経験と KF 滴定についての幅広いアプリケーションデータから得られた弊社の専門知識をご利用ください。

ハイドラナール E タイプの特長

- 毒性の減少
- 多くのメタノール KF メソッドの置き換えが可能
- 容量、電量 KF 滴定法に適合
- 全ての滴定装置に適合
- 疎水性サンプルの溶解度を改善
- いくつかのケトン類は、付加反応なしで滴定可能

毒性のない KF 滴定メソッドの新しいアプリケーションリスト！
WEB サイト：*sigma-aldrich.com/hydranal-e-types*

Fluka Analytical

滴定用試薬

高品質滴定用試薬

幅広い品揃えの容量滴定製品

シグマ アルドリッチは、幅広くバラエティーに富んだ容量滴定用酸、塩基標準溶液を異なった濃度で販売しています。それらは、酸・塩基・酸化還元・沈殿滴定法の容量滴定に使用できます。さらに詳しい情報は、弊社 web サイト ***sigma-aldrich.com/titration*** をご覧頂くか、別冊のカタログをご請求下さい。

Brand	CAT. NO.	製品名	容量
Fluka®	**35245-1L**	チオ硫酸ナトリウム溶液 , 0.1 M	1L
Fluka	**35418-1L**	過塩素酸（酢酸溶液）, 0.1 M in acetic acid	1L
Fluka	**35328-1L**	塩酸溶液 , 1 M	1L
Fluka	**35329-1L**	塩酸溶液 , 0.5 M	1L
Fluka	**35335-1L**	塩酸溶液 , 0.1 M	1L
Fluka	**35354-1L**	硫酸溶液 , 0.5 M	1L
Fluka	**35256-1L**	水酸化ナトリウム溶液 , 1 M	1L
Fluka	**35257-1L**	水酸化ナトリウム溶液 , 0.5 M	1L
Fluka	**35263-1L**	水酸化ナトリウム溶液 , 0.1 M	1L
Fluka	**35115-1L**	水酸化カリウム（変性エタノール溶液、トルエン入り）, 0.5 M	1L
Fluka	**35127-1L**	水酸化カリウム（変性エタノール溶液、トルエン入り）, 0.1 M	1L

LC-MS 用溶媒

特別に製造されている LC-MS 用溶媒は、カルシウム、マグネシウム、カリウム、といった分析物とアーチファクトを形成して分析の妨害をするアルカリ性不純物含有量が極めて低い溶媒です。

CHROMASOLV® LC-MS 溶媒は , 従来の CHROMASOLV® の仕様を保証するための特別な UV-spectroscopic 品質管理試験をパスしています。

詳細は弊社 web サイト ***sigma-aldrich.com/lc-ms*** をご覧下さい。

Brand	CAT. NO.	製品名	容量
Fluka®	34967-1L	アセトニトリル LC-MS CHROMASOLV	1L
Fluka	34967-2.5L	アセトニトリル LC-MS CHROMASOLV	2.5L
Fluka	34966-1L	メタノール LC-MS CHROMASOLV	1L
Fluka	34966-2.5L	メタノール LC-MS CHROMASOLV	2.5L
Fluka	39253-1L-R	水 LC-MS CHROMASOLVR	1L
Fluka	34965-1L	2- プロパノール LC-MS CHROMASOLVR, . 99.9 %	1L
Fluka	34965-2.5L	2- プロパノール LC-MS CHROMASOLVR, . 99.9 %	2.5L
Fluka	34972-1L-R	酢酸エチル LC-MS CHROMASOLVR, . 99.7 %	1L
Fluka	34986-1L	n- ヘキサン LC-MS CHROMASOLVR, . 97 %	1L
Fluka	34986-2.5L	n- ヘキサン LC-MS CHROMASOLVR, . 97 %	2.5L
Fluka	34999-1L	n-Heptane LC-MS CHROMASOLVR, . 99 %	1L

・本カタログに掲載の製品及び情報は 2010 年 2 月 1 日現在の内容であり、収載の品目、製品情報、価格等は予告なく変更される場合がございます。最新の情報は、弊社 Web サイト（sigma-aldrich.com/japan）をご覧ください。
・掲載価格は希望納入価格（税別）です。詳細は販売代理店様へご確認ください。
・弊社の試薬は試験研究用のみを目的として販売しております。医薬品、家庭用その他試験研究以外の用途には使用できません。

SIGMA-ALDRICH®
シグマ アルドリッチ ジャパン株式会社
アナリティカル事業部
〒140-0002　東京都品川区東品川2-2-24　天王洲セントラルタワー4F
製品に関するお問合せは、弊社テクニカルサポートへ
TEL：03-5796-7350　FAX：03-5796-7355
E-mail アドレス：sialjpsp@sial.com
在庫照会/ご注文方法に関するお問合せは、弊社カスタマーサービスへ
TEL：03-5796-7320　FAX：03-5796-7325
大阪営業所：〒532-0004　大阪市淀川区西宮原2-7-38　新大阪西浦ビル
TEL：06-6397-5963　FAX：06-6397-4649
URL: http://www.sigma-aldrich.com/japan

お問合せは下記代理店へ

SAJ1190 2010.2